

2

Analiza wstępna paliw. Oznaczenie wilgotności, części lotnych i popiołu.



Analityczne rodzaje wilgoci wg PN-80/G-04511

- **Wilgoć przemijająca** W_{ex} - część wody zawartej w paliwie, którą traci podczas suszenia na powietrzu, w temperaturze otoczenia (ok. 298 K), osiągając stan przybliżonej równowagi z wilgotnością powietrza.
- **Wilgoć paliwa powietrzno-suchego** W_h (zbliżona do wilgoci higroskopijnej) – woda pozostała w paliwie, po osiągnięciu stanu przybliżonej równowagi sorpcyjnej z wilgotnością powietrza w temperaturze otoczenia (ok. 298 K), tj. po usunięciu wilgoci przemijającej.
- **Wilgoć całkowita** W_t - łączna zawartość wilgoci przemijającej i wilgoci paliwa powietrzno-suchego, obliczona w procentach w stosunku do masy paliwa roboczego:

$$W_t = W_{ex} + \frac{100 - W_{ex}}{100} \cdot W_h \quad (1)$$

gdzie współczynnik $(100 - W_{ex})/100$ - uwzględnia ubytek masy próbki roboczej powstały po usunięciu W_{ex} .

Wilgoć analityczna W_a - wilgoć zawarta w próbce analitycznej paliwa przeznaczonego do analizy (ziarno < 0,2 mm, dla węgla kamiennych na ogół $W_a = W_h$).

W analizie węgla brunatnego i torfu i biomasy ze względu na znaczny wpływ wilgotności względnej atmosfery, wyróżnia się jedynie wilgoć całkowitą W_t , czyli wilgoć zawartą w próbce dostarczonej do badań (w tzw. stanie roboczym) oraz wilgoć w próbce analitycznej W_a , która jest tylko zbliżona do stanu przybliżonej równowagi sorpcyjnej z wilgotnością powietrza (w temperaturze otoczenia) i którą zwykle oznacza się bezpośrednio przed użyciem próbki do innych badań analitycznych.

Metodyka oznaczania wilgoci

Wilgoć przemijającą W_{ex} oznacza się przez suszenie próbki o masie 1 kg rozdrobnionej do ziaren poniżej 10 mm, na płaskiej tacy, w pomieszczeniu przeciętnie suchym, w temperaturze około 298 K (25°C). Suszenie prowadzi się do stałej masy, niezmienną się w granicach 0,1-0,3% w dwugodzinnych odstępach suszenia. Łączny czas suszenia mieści się zwykle w granicach 24-28 godzin. W celu przyspieszenia suszenia próbkę można umieścić w suszarce o temperaturze 313-333 K (40-60°C), a następnie kondycjonować ją na powietrzu. Wynik oznaczania W_{ex} oblicza się z utraty masy próbki, wyrażonej w procentach, w stosunku do odważki paliwa niesuszonego (pierwotnego, roboczego).

Wilgoć analityczną W_a oznacza się metodą suszarkową, przez suszenie próbki paliwa powietrzno-suchego w atmosferze powietrza, w temperaturze 378-383 K (105-110°C), w suszarce elektrycznej z termostatyczną regulacją temperatury. Do oznaczania stosuje się paliwo rozdrobnione do ziaren poniżej 0,2 mm (próba analityczna) w ilości ok. 1 g. **Suszenie prowadzi się przez 60 minut dla węgla kamiennego i 90 minut dla węgla brunatnego i biomasy**, po czym naczynie szklane z paliwem zamyka się pokrywką, wyjmuje z suszarki i umieszcza w eksykatorze, a następnie po ochłodzeniu waży na wadze analitycznej. Suszenie ponawia się w odstępach 15 minutowych tak długo, jak długo masa nie ustali się z dokładnością $\pm 0,0010$ g. Zawartość wilgoci w próbce oblicza się ze wzoru:

$$W^a = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \cdot 100 \quad [\%] \quad (2)$$

gdzie:

m_1 - masa naczynia z odważką paliwa przed suszeniem, g,

m_2 - masa naczynia z odważką paliwa po suszeniu, g,

m_3 - masa naczynia pustego, g.

Metoda suszenia w atmosferze powietrza nie może być stosowana do łatwo utleniających się paliw stałych, ponieważ efekt zmiany masy spowodowany utlenianiem wpływa na wynik oznaczania wilgoci.

Wilgoć całkowita W_t paliw stałych może być obliczona na podstawie oznaczeń wilgoci przemijającej W_{ex} i wilgoci w stanie powietrzno-suchym W_h (lub W_a). Zamiast tej dwustopniowej metody, można wilgoć całkowitą oznaczać metodą jednostopniową, dokonując pomiaru wprost w próbce roboczej metodą suszarkową (węgiel kamienny) lub destylacyjną (biomasa, węgiel brunatny). W metodzie jednostopniowej do oznaczeń stosuje się najczęściej 50 gramowe odważki paliwa stałego o uziarnieniu poniżej 3 mm.

Metodyka oznaczania popiołu wg PN-80/G-04512

Oznaczanie zawartości popiołu polega na całkowitym spaleniu i wyżarzeniu w piecu muflowym, ogrzonym do temperatury 1088 ± 10 K ($815 \pm 10^\circ\text{C}$), próbki analitycznej paliwa o masie $1 \text{ g} \pm 0,1$ rozdrobnionego do ziaren poniżej 0,2 mm. Rozróżnia się trzy metody oznaczania popiołu w paliwach stałych:

powolnego spopielania, stosowaną do wszystkich paliw stałych, a szczególnie do paliw nisko uwęglonych, jak biomasa, torf, węgiel brunatny i młody genetycznie węgiel kamienny,

szybkiego spopielania stosowaną do węgla kamiennego i karbonizatów,

bardzo szybkiego spopielania, używaną do węgla kamiennego i karbonizatów.

W metodzie powolnego spopielania, odważone naczynko z próbką, wstawia się do zimnego elektrycznego pieca muflowego i ogrzewa się go tak, aby po 30 minutach osiągnąć temperaturę 773 K (500°C), a po następnych 30-50 minutach 1088 ± 10 K ($815 \pm 10^\circ\text{C}$). W tej temperaturze pozostawia się próbkę przez **90 minut**. Następnie naczynko wyjmuje się z pieca, oziębia do temperatury otoczenia (eksykator) i waży na wadze analitycznej. Ilość popiołu w próbce analitycznej A_a oblicza się w procentach:

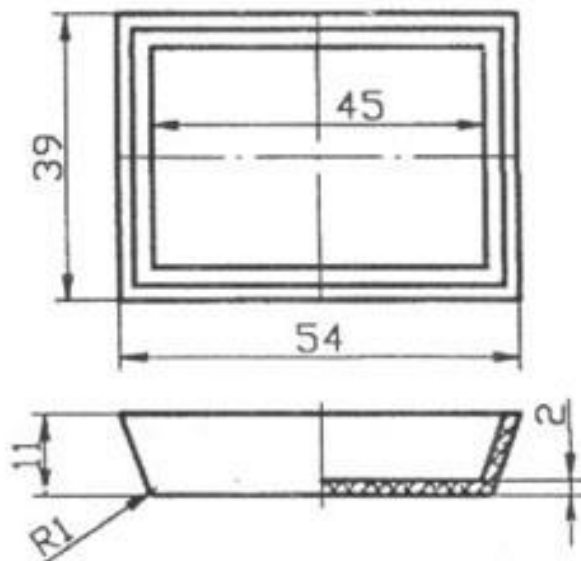
$$A^a = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100 [\%] \quad (4)$$

gdzie: m_1 - masa pustego naczynka w g,

m_2 - masa naczynka z próbką paliwa stałego w g,

m_3 - masa naczynka z pozostałością po spopieleniu próbki paliwa stałego w g.

W metodzie szybkiego spopielania naczynko z próbką paliwa stałego umieszcza się na brzegu nagrzanego pieca i przez 10 minut przesuwa powoli i stopniowo do strefy właściwego żarzenia, w której pozostawia się próbkę przez **35 minut**. W metodzie bardzo szybkiego spopielania - próbkę wprowadza się stopniowo do nagrzanego pieca muflowego (tak, jak w metodzie szybkiego spopielania), a następnie po zamknięciu drzwiczek pieca, wprowadza się do niego tlen. Spopielanie w tych warunkach trwa **10 minut**.



Wanienki z tlenku glinu do popiołów

Części lotne wg PN-81/G-04516

Części lotne są **procentowym ubytkiem masy próbki** analitycznej paliwa stałego, powstałym podczas ściśle określonego ogrzewania próbki bez dostępu powietrza (odgazowania), w naczynku o znormalizowanym kształcie, w piecu elektrycznym o temperaturze 1123 K (850°C), **pomniejszonym** o procentową zawartość wilgoci:

$$V^a = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 - W^a [\%] \quad (5)$$

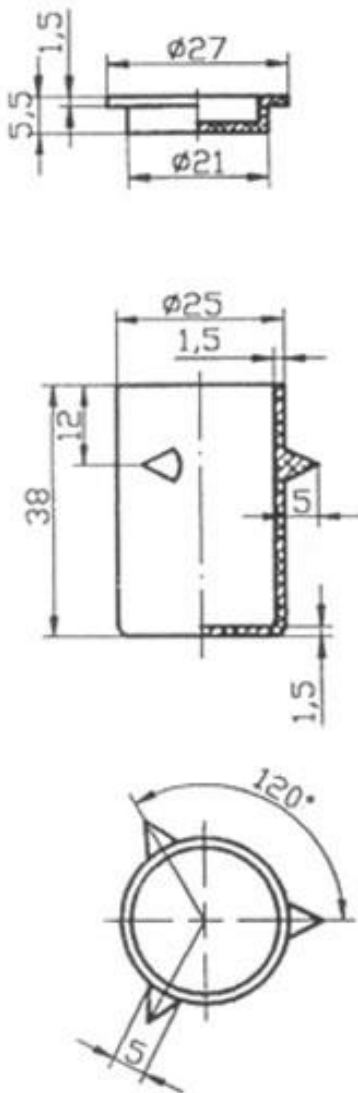
gdzie: V_a - ilość części lotnych próbki analitycznej, %,

m_1 - masa próbki po odgazowaniu, g,

m - masa próbki analitycznej paliwa, g,

W_a - zawartość wilgoci w próbce analitycznej, %.

Oznaczenie części lotnych należy do typowo umownych oznaczeń analitycznych. Do oznaczenia części lotnych używa się naczyń Rademachera z pokrywką odważa się po 1-1,2[g] (z dokładnością do 0,0002[g]) powietrzno-suchego sproszkowanego węgla. Sześć tygli z nałożonymi pokrywkami umieszczamy na podstawce i wstawiamy do pieca mufowego, ogrzanego do temp 850°C. Temperatura komory w ciągu 3-7 min powinna osiągnąć ponownie 850°C, od tej chwili prażenie można zakończyć po upływie 3 min. Po ostygnięciu tygle ważymy bez pokrywek. Na wartość oznaczenia wpływa uziarnienie i masa próbki analitycznej, kształt naczynka i sposób ogrzewania do zadanej temperatury.



Tygle Rademachera

- Przykład obliczeniowy w książce „Laboratorium z termodynamiki i mechaniki płynów” pod redakcją Władysława Organisty,
- przeliczenia stanu analitycznego na stan roboczy,
- zestawieni „wyników oznaczeń i obliczeń” zgodnie ze wzorem w książce,
- wyniki oznaczenia wartości opałowej i ciepła spalania paliwa stałego skorygować o wyniki analizy wstępnej paliwa.

POLITECHNIKA POZNAŃSKA
Instytut Energetyki Ciepłej
ite.put.poznan.pl

Temat:

Analiza wstępna paliw. Oznaczenie wilgoci, części lotnych i popiołu.

Imię Nazwisko:		Rok akademicki:	
Nr indeksu:		Grupa:	
Data wykonania:	Data zaliczenia:	Ocena ze sprawdzianu:	Ocena z ćwiczenia:

1. Schemat stanowiska

2. Tabela pomiarowa

a. Oznaczenie wilgoci analitycznej

Lp.	Masa naczynia [g]	Masa paliwa [g]	Masa paliwa po suszeniu [g]	W ^a [%]
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				

b. Oznaczenie części lotnych

Lp.	Masa naczynia [g]	Masa paliwa [g]	Masa paliwa po odgazowaniu [g]	V ^a [%]
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				

c. Oznaczenia popiołu

Lp.	Masa naczynia [g]	Masa paliwa [g]	Masa popiołu [g]	A ^a [%]
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				

3. Obliczenia

4. Analiza wyników i wnioski